

Водолазский Федор Валерьевич

**ФОРМИРОВАНИЕ СТРУКТУРЫ, ТЕКСТУРЫ И СВОЙСТВ ПРИ
ПРОКАТКЕ ВЫСОКОЛЕГИРОВАННЫХ ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ
НА ОСНОВЕ β -ФАЗЫ И ИНТЕРМЕТАЛЛИДА Ti_2AlNb**

Специальность 05.16.01

Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Екатеринбург – 2010

Работа выполнена на кафедре термообработки и физики металлов
ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет имени первого
Президента России Б.Н.Ельцина»

Научный руководитель: кандидат технических наук, доцент
ДЕМАКОВ СЕРГЕЙ ЛЕОНИДОВИЧ

Официальные оппоненты: доктор технических наук, профессор
ШИШМАКОВ АЛЕКСАНДР СЕРАФИМОВИЧ,
ЗАО «НПП Тормо»
доктор технических наук, доцент
ШВЕЙКИН ВЛАДИМИР ПАВЛОВИЧ, УрФУ

Ведущее предприятие: ФГУП «ЦНИИ КМ «Прометей»

Защита диссертации состоится 10 декабря 2010 г. в 15 ч 00 мин, в ауд. Мт-329 на заседании Диссертационного совета Д 212.285.04 по присуждению степени доктора технических наук в ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н.Ельцина» по адресу: 620002, Екатеринбург, К-2, ул. Мира, 19, УГТУ-УПИ.

Телефон: (343) 375-45-74, факс (343) 374-53-35, e-mail: tofm@mail.ustu.ru

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке и на официальном сайте ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н.Ельцина».

Автореферат разослан 10 ноября 2010 г.

Ученый секретарь
Диссертационного совета Д 212.285.04

Шилов В.А.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы. Сплавы на основе титана являются одним из важнейших конструкционных материалов. Их применение наиболее целесообразно в тех областях техники, где необходимо сочетание высокой удельной прочности, жаропрочности и коррозионной стойкости: судостроении, аэрокосмической и химической промышленности и т.д.

Ответственные сферы применения этих сплавов требуют дальнейшего повышения механических и эксплуатационных свойств, уменьшения анизотропии свойств за счет разработки новых режимов термомеханической обработки, позволяющих получить высокий уровень прочности при удовлетворительных пластических и вязкостных характеристиках.

Получение листовых полуфабрикатов β -сплавов связано с большими суммарными степенями деформации. Тем не менее существует проблема структурной неоднородности, которая заключается в том, что сохраняются крупные нерекристаллизованные β -зерна. После упрочняющей обработки в листах появляется заметная анизотропия свойств, прежде всего по показателям пластичности. Данная задача существует уже много лет и касается широкого спектра титановых ($\alpha+\beta$)- и β -сплавов. Для ее решения в данной работе исследовали формирование текстурного и структурного состояний в процессе изготовления листов титанового псевдо β -сплава ТС6.

Другой проблемой, с которой сталкиваются при получении фольг, - низкая технологическая пластичность материала. Это касается интерметаллидных сплавов вообще и сплавов на основе Ti_2AlNb , в частности. Зарубежные технологии получения фольги из этого материала включают в себя окончательное утонение до толщины 0,1 мм электролитическими методами, что усложняет и удорожает технологию производства. Поэтому разработка технологии получения фольги исключительно деформационными методами (прокаткой) представляет большой интерес и требует серьезного изучения фазовых и структурных превращений в процессе обработки.

В связи с этим представляется необходимой постановка исследований, направленных на разработку режимов термомеханической обработки (ТМО), позволяющих получить сплавы со стабильно высокими механическими свойствами, а также фольгу из труднодеформируемого сплава на основе Ti_2AlNb в производственных условиях.

Работа выполнена в соответствии с основными направлениями научной деятельности кафедры «Термообработка и физика металлов» ФГАОУ ВПО «УрФУ имени первого Президента России Б.Н.Ельцина» в рамках госбюджетных научно-исследовательских работ Минобрнауки РФ (тема № 2218); проектов в аналитической ведомственной целевой программе «Развитие научного потенциала высшей школы (2009-2010 гг.)» (тема № 2244) в федеральной целевой программе «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009-2013 годы (тема №62245) и федеральной целевой программе «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2007-2012 годы».

Целью работы являлось обоснование технологических режимов получения изотропных тонколистовых полуфабрикатов из β -титановых сплавов и фольги из интерметаллидного сплава ВТИ-4, а также проведение промышленной апробации предложенных технологий.

В работе были поставлены следующие **задачи**:

1. Определить основные факторы, определяющие анизотропию свойств тонколистовых полуфабрикатов титановых псевдо β -сплавов;
2. На научной основе разработать методы устранения или минимизации влияния факторов, ответственных за анизотропию свойств в листовых полуфабрикатах псевдо- β титановых сплавов;
3. Разработать системный подход получения листов из псевдо β -сплава ТС6 с однородной мелкозернистой структурой и повышенным комплексом свойств;
4. Установить изменения структурного состояния и фазового состава интерметаллидного сплава ВТИ-4 в процессе термической обработки, направленной на подготовку структурного состояния и фазового состава, обеспечивающих достаточный уровень пластичности для осуществления холодной деформации при изготовлении фольги;
5. Провести апробацию полученных технологических решений для промышленных условий с получением пилотных образцов (опытных партий).

Научная новизна.

1. Выявлены дополнительные факторы, обеспечивающие эффект текстурного торможения рекристаллизации при горячей прокатке титановых псевдо β -сплавов. Такими факторами являются:

- полуспециальные границы;

- ликвидация в ходе деформации «выступов», возникших на ранних стадиях деформации, на границах зерен;
- образование стабильного плоского фронта роста рекристаллизованных зерен;
- образование внутризеренных малоугловых границ, служащих стоками дислокаций линий скольжения.

2. Определены интервалы температур и скоростей охлаждения при термообработке листовых полуфабрикатов сплава ВТИ-4, позволяющие производить фиксацию высокотемпературной β -фазы при закалке.

3. Установлены качественные отличия формирования текстуры сплава ВТИ-4 в процессах горячей и холодной прокатки. В отличие от горячей прокатки (в пакете), при холодной, наблюдается ослабление полюсной плотности плоскостей $\{100\}$.

Практическая значимость.

1. Выработаны основные технологические подходы к устранению структурной анизотропии в листовых полуфабрикатах в сплаве ТС6. Реализация разработанных подходов позволила получить заготовки с однородной мелкозернистой структурой ($D_{\text{ср}}$ менее 100 мкм) и повышенным уровнем механических свойств после ТМО.

2. Предложена технология получения фольги толщиной 80 мкм из интерметаллидного сплава ВТИ-4.

На защиту выносятся следующие основные положения и результаты.

1. Систематизация основных факторов, определяющих возникновение анизотропии структуры при изготовлении тонколистовых полуфабрикатов титановых псевдо β -сплавов.
2. Технологические решения получения тонколистовых полуфабрикатов титановых псевдо β -сплавов с однородной структурой, высоким и стабильным уровнем механических свойств.
3. Результаты исследования фазового состава и структурного состояния интерметаллидного сплава ВТИ-4. Параметры термической обработки заготовки, обеспечивающие получение структурного состояния с достаточной пластичностью для холодной прокатки в ходе производства фольги.
4. Технология получения фольги толщиной 80 мкм из интерметаллидного сплава ВТИ-4.

Апробация работы. Материалы диссертации были доложены и обсуждены на IXX и XX Уральских школах металловедов-термистов «Актуальные проблемы физического металловедения сталей и сплавов»; на Международной конференции “Ti-2006 в СНГ”, Суздаль, 2006; на Международной конференции “Ti-2008 в СНГ”, Санкт-Петербург, 2008; на III-ей Евразийской научно-практической конференции «Прочность неоднородных структур», Москва, 2006; на VIII, IX и X Уральских школах–семинарах металловедов-молодых ученых, Екатеринбург, 2005, 2006, 2007 гг.; на VIII, IX отчетных научных конференциях молодых ученых ГОУ ВПО «УГТУ-УПИ», 2008, 2009 гг.

Публикации. По материалам исследования опубликовано 11 печатных работ, отражающих основное содержание диссертации.

Структура и объем работы. Диссертация состоит из введения, 5 глав, заключения, списка литературы; изложена на 133 страницах, включает 83 рисунка, 11 таблиц, список литературы содержит 88 наименований.

Работа выполнена при научной и методической консультации профессора, д.т.н. Попова А.А. и доцента, к.т.н. Илларионова А.И. Автор выражает благодарность за помощь в работе сотрудникам центральной заводской лаборатории и цеха №16 ОАО «Корпорация ВСМПО-АВИСМА».

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во **введении** обоснована актуальность диссертационной работы, дано общее направление работы.

В **первой главе** дан аналитический обзор литературы по исследуемой проблеме. Рассмотрены особенности высокопрочных титановых псевдо β -сплавов и интерметаллидных сплавов на основе Ti_2AlNb . Систематизированы данные об особенностях рекристаллизации, формировании структуры и текстуры титановых псевдо β -сплавов при различных видах упрочняющей термической и термомеханической обработок. Систематизированы данные о формировании структуры, текстуры, механизме и кинетике фазовых превращений, протекающих в сплавах на основе Ti_2AlNb . Поставлена цель работы и сформулированы конкретные задачи исследований.

Во **второй главе** приводятся материалы и методики исследования, использованные в данной работе. Объектами исследования служили листовые полуфабрикаты модельного интерметаллидного сплава

ВТИ-4 (Ti-22Al-26Nb-0,5Zr-0,4Mo) и промышленного сплава ТС6, полученные на ОАО «Корпорация ВСМПО-АВИСМА»

Дано описание режимов термической и термомеханической обработок в тексте главы.

Металлографический анализ осуществляли с применением оптического микроскопа «Olympus GX-51». Структурные параметры оценивались с помощью программного пакета SIAMS 700. Исследования морфологии и структуры методами растровой электронной микроскопии проводились на микроскопах Philips SEM 535 и Jeol JSM-6490LV. Исследования методом дифракции обратно-рассеянных электронов (ДОЭ) проводились на растровом электронном микроскопе Jeol JSM-6490LV с помощью приставки EBSD Nordlys II HKL и программного обеспечения Channel 5. Рентгеноструктурный фазовый анализ (РСФА) проводился на рентгеновском дифрактометре Bruker D8 Advance, оснащенным позиционно-чувствительным детектором LynxEye, в излучении K_{α} Cu в диапазоне углов отражения $2\theta = (30-80)^{\circ}$ при напряжении $U = 40$ кВ, токе трубки $I = 40$ мА с использованием щелей Соллера падающего пучка; измерительный диаметр составлял 500 мкм, шаг $0,02^{\circ}$. Электронномикроскопический анализ тонкой структуры и микродифракционные исследования проводились на электронном микроскопе JEM-200 CX, при ускоряющем напряжении 160 кВ. Испытания на растяжение проводились на универсальной разрывной машине FP 100/1 по ГОСТ 1497-89.

В третьей главе представлено исследование причин формирования структурной неоднородности в титановом псевдо β -сплаве ТС6, изучено влияние различных факторов на устранение подобной неоднородной структуры. Предложены и опробованы технологические подходы, направленные на получение однородно изотропной структуры.

Титановый β -сплав ТС6 при его разработке был ориентирован на уровень прочности σ_B не менее 1300 МПа, при удлинении δ не менее 6 % в различных направлениях листа. Существующая промышленная технология изготовления листов из сплава ТС6 не всегда обеспечивает уровень $\sigma_B = 1200$ МПа, согласованный в действующих ТУ на листы этого сплава.

Существующая промышленная технология включает в себя ковку слитка в сляб толщиной от 200 до 250 мм. Затем сляб прокатывают до толщины 20 мм. Далее получение тонких листов проводится с помощью горячей

прокатки с промежуточными отжигами. Микроструктура полученных по такой технологии листов является крайне неоднородной. В первую очередь по всему сечению обнаруживаются тонкие вытянутые вдоль направления прокатки (НП) зерна длиной свыше 50 мкм. Такая неоднородность проявляется в показателях механических свойств в различных направлениях: вдоль НП - $\sigma_{0,2} = 1010$ МПа, $\sigma_B = 1060$ МПа, $\delta = 6$ %; поперек НП – $\sigma_{0,2} = 990$ МПа, $\sigma_B = 1070$ МПа, $\delta = 4$ %. Столь низкий уровень прочности при анизотропии пластичности является неудовлетворительным. Очевидно, что подобный низкий уровень свойств является следствием неустойчивости технологии, приводящей к структурной неоднородности.

Детальное изучение состояния материала по ходу получения тонкого листа показало, что такие вытянутые зерна обнаруживаются уже в 200 мм слэбе. Рис. 1 демонстрирует форму и внутреннюю структуру таких зерен в подкате толщиной 20 мм. Подобные зерна уже наблюдали ранее, в частности в работе [1] они получили название - *полосы*. Полосы имеют блочную (субзеренную) структуру, характерную для полигонизованного состояния, рис. 1, б.

Проведенный ДОЭ-анализ подката толщиной 20 мм показал, что большинство *полос* имеет ориентацию $\{001\}\langle 110 \rangle$, в меньшем количестве встречаются ориентации $\{111\}\langle 112 \rangle$, $\{112\}\langle 111 \rangle$ и $\{110\}\langle 110 \rangle$, рис. 2. В направлении НП практически все полосы ориентированы плоскостью $\{110\}$ (рис. 2, б).

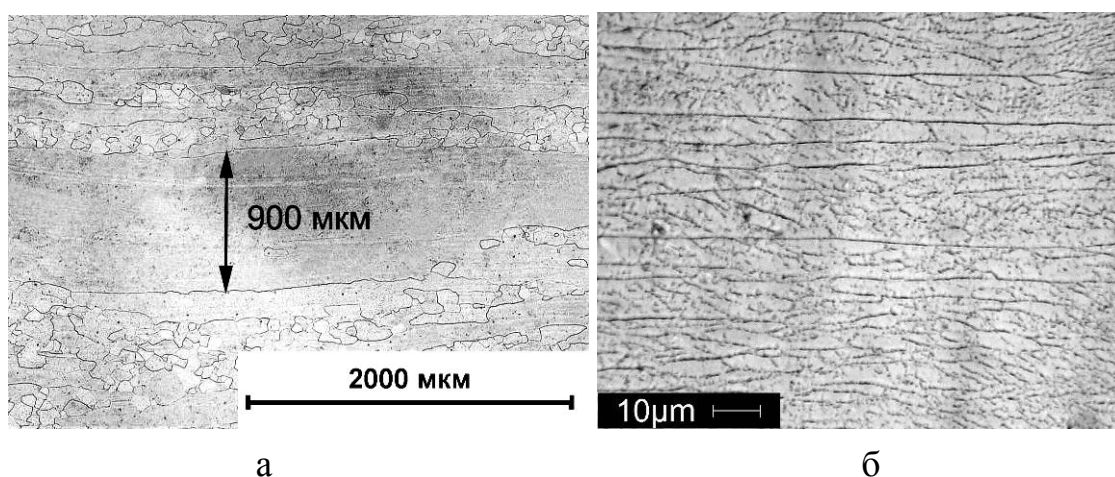


Рис. 1 Микроструктура горячекатаного подката толщиной 20 мм сплава ТС6 в продольном направлении

Внутри *полос* встречаются продольные границы, разбивающие полосу на несколько фрагментов, количество которых в поперечном направлении достигало четырех. С помощью ДОЭ-анализа удалось однозначно установить, что угол разориентировки участков, разделенных такой границей, не превышает 10° . Наличие зародышей на подобных границах не зафиксировано. Это является уже описанным в литературе вариантом текстурного торможения рекристаллизации (ТТР) [2].

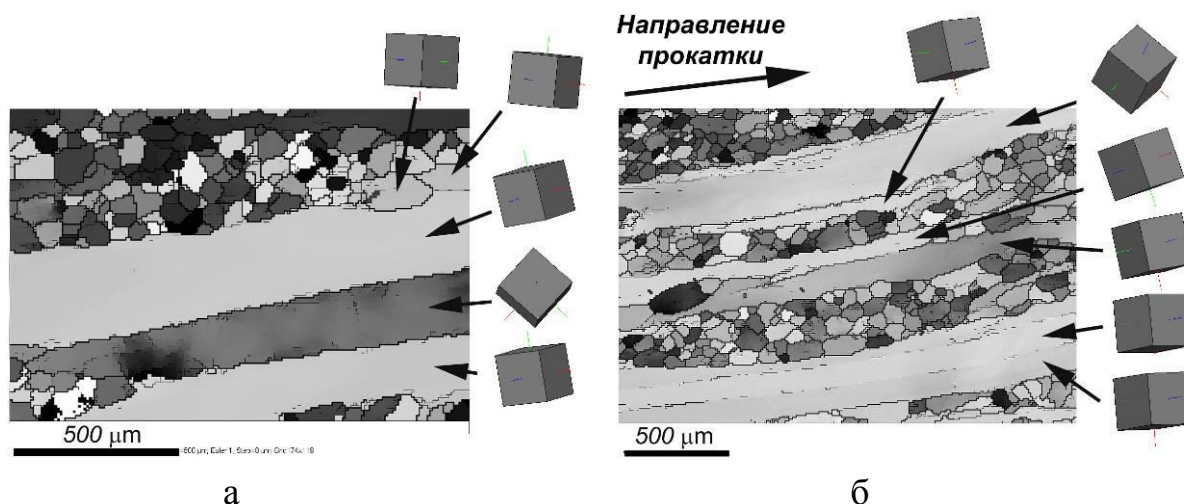


Рис. 2 ДОЭ - карты 20 мм листа сплава ТС6 в ПН (контраст по углу Эйлера)

Обнаружено, что свободными от зародышей являются некоторые границы и с большим углом разориентации, в частности, плоские границы между полосами с ориентировками $\{100\}\langle 110 \rangle$ и $\{110\}\langle 110 \rangle$, рис. 2, *а*. Этот случай также является вариантом текстурного торможения рекристаллизации. Он связан с образованием так называемых «полуспециальных» границ, описанных в работе [3].

Следующий фактор ТТР можно обозначить как геометрический. Как показано в работах Горелика С.С., местом образования зародыша рекристаллизации на границе служат «выступы», являющиеся результатом выхода полос скольжения на границу. В рассматриваемом случае границы *полос* являются практически плоскими и ориентированы вдоль направления прокатки. «Выступы», возникшие на ранних стадиях, ликвидируются в процессе дальнейшей деформации. Внутри *полос* наблюдаются малоугловые границы, параллельные плоскости прокатки, которые являются внутренними стоками дислокаций полос скольжения, рис. 1, *б*. Соответственно, образование «выступов» становится маловероятным.

Протекание рекристаллизации *in situ*, результатом которой является образование вытянутых зерен, располагающихся на границах *полос*, можно считать фактором ТТР, тормозящим развитие обычной рекристаллизации. Эти вытянутые зерна имеют кристаллографическую ориентацию, совпадающую с ориентацией полосы, и являются прослойками, разделяющими границу и центральные нерекристаллизованные области *полосы*.

Рассматриваемый тип структуры тормозит не только процесс формирования зародышей, но и ограничивает их рост во внутрь полосы. Рекристаллизованные зерна, образовавшиеся на границе полосы, формируют плоский фронт роста, который имеет характерную конфигурацию, рис. 3.

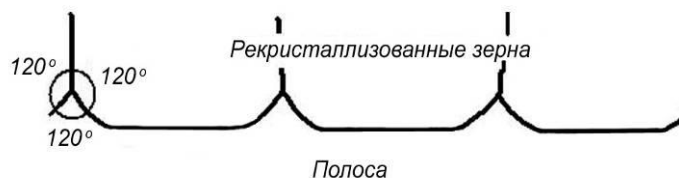


Рис. 3 Модель фронта роста рекристаллизованных зерен от плоской границы

Границы рекристаллизованных зерен выгнуты в направлении нерекристаллизованного зерна, а углы тройного стыка близки к 120° . Выгнутость границы свидетельствует о том, что тройной стык тормозит продвижение границы. Подобная конфигурация является достаточно стабильной, поскольку выигрыш в энергии за счет прироста объема с учетом увеличения площади границы растущего зерна минимизируется. Описанный случай не является напрямую проявлением ТТР, но является его следствием.

Обнаруженные типы границ *полос* и факторы ТТР были систематизированы, табл. 1.

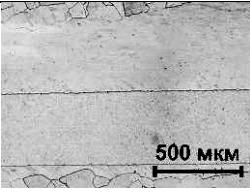
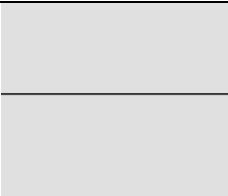
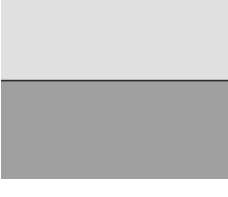
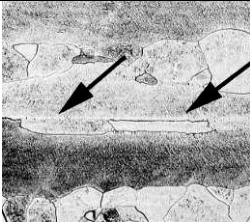
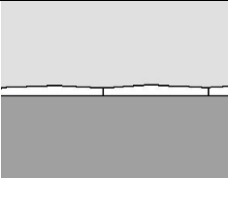
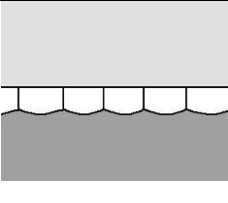
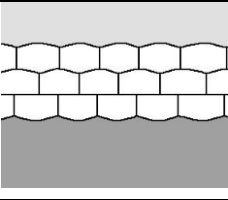
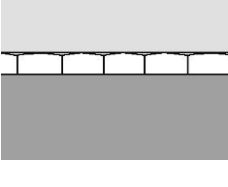
Можно предположить наличие, как фактора ТТР, границ специальной разориентации, но в данном исследовании таких границ *полос* обнаружено не было.

Рассмотрены варианты устранения полос в структуре путем только рекристаллизационного отжига и с помощью горячей прокатки с последующим рекристаллизационным отжигом.

Была проведена серия отжигов в интервале от 800°C до 940°C , через 20°C , с выдержками 20 и 40 мин. Данные по микроструктуре листов после таких отжигов были статистически обработаны и представлены в виде зависимости, рис. 4.

Таблица 1

Схемы структурных состояний и характеристики факторов определяющих ТТР

Номер фактора	Тип границ полос	Схемы границ полос	Характеристика
I			«Вырожденная» граница, возникшая в результате деформации из высокоугловой границы. Угол разориентировки не превышает 20° .
II			«Полуспециальная» граница, где в плоскости границы сопрягаются кристаллографические плоскости с малыми индексами и, соответственно, имеется большое количество совпадающих узлов.
III			Развитие полигонизации (рекристаллизации in situ), где вытянутые полигоны (зерна) препятствуют образованию и росту зародышей.
IV			Геометрический фактор – ровная граница (отсутствие выступов на границах), возникновение параллельных границам полос малоугловых границ, являющихся внутренними стоками дислокаций полос скольжения.
V			Плоская граница между зернами, одно из которых находится в ориентации, при которой деформация не приводит к накоплению внутренней энергии. Рост зародышей происходит только в направлении более деформированного зерна.
VI			Стабилизация фронта рекристаллизации. Возникновение плоской стабильной конфигурации тройных стыков границ, близких к 120° .
VI a			Дополнительное торможение фронта роста рекристаллизованных зерен плоской вырожденной границей.

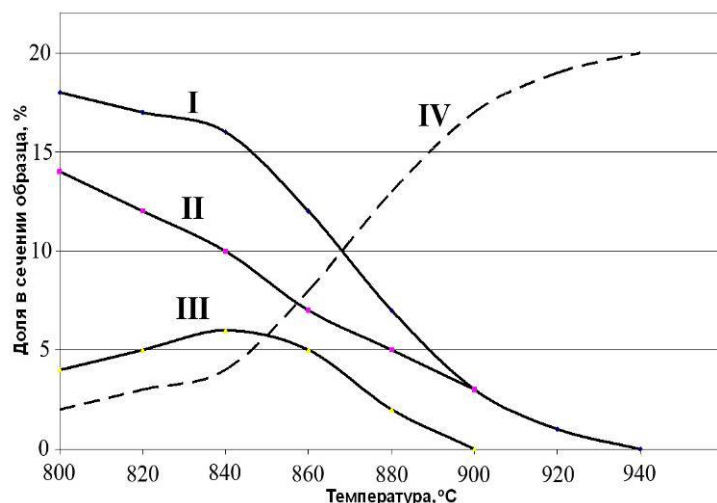


Рис. 4 Принципиальная зависимость доли полос в сечении листа толщиной 20 мм от отжигов при различных температурах (время отжигов 40 мин)

В интервале температур от 800 °C до 840 °C рекристаллизация протекает в основном по механизму *in situ*. При $T_{отж}$ от 900 °C до 940 °C происходит реальное снижение доли полос за счет протекания рекристаллизации с образованием равноосных зерен. Но проведение рекристаллизационного отжига при высоких температурах является неэффективным, поскольку при этом значительно увеличивается размер зерна, при сохранении разноструктурности.

Горячая прокатка по обычным режимам (разовые степени деформации в интервале от 5 % до 7 %, суммарная степень деформации 50 %, температура 850°C) приводит к усилению *полосчатости* в структуре. Анизотропия

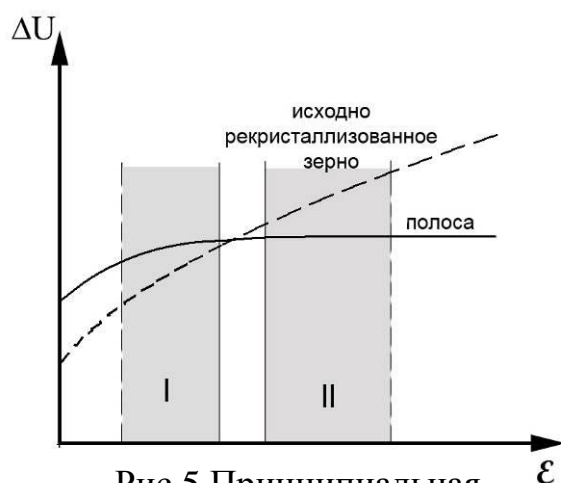


Рис 5 Принципиальная зависимость изменения внутренней энергии от степени деформации

текстуры возрастает и сохраняется после отжига. С точки зрения термодинамического подхода к анализу зависимости рекристаллизации от степени горячей деформации можно предложить следующую схему такой зависимости, рис. 5.

В исходном состоянии в структуре присутствуют два типа зерен отличающихся внутренней энергией – *полосы* и рекристаллизованные зерна.

Исходно *полосы* имеют повышенный уровень внутренней энергии, по сравнению с рекристаллизованными зернами, дальнейший прирост энергии относительно невелик вследствие благоприятной ориентации ее решетки по отношению к деформирующим напряжениям. Начальный уровень внутренней энергии рекристаллизованных зерен меньше, чем у *полосы*, но в процессе деформации рост внутренней энергии происходит более интенсивно, чем в *полосе*. Соответственно две кривые изменения внутренней энергии для двух типов зерен должны пересекаться в некоторой точке, рис. 6. Относительно этой точки можно выделить две области. В первой области (на рис. 5 помечена I) внутренняя энергия полосы превышает внутреннюю энергию исходно рекристаллизованных зерен, поэтому рост вновь образованных зародышей рекристаллизации выгоден в сторону полосы. Во второй области (на рис. 5 помечена II) рост вновь образованных зародышей рекристаллизации становится менее выгодным в сторону полосы. Сама полоса является местом образования зародышей, рост которых происходит в сторону исходно рекристаллизованных зерен. Вышеописанная ситуация продемонстрирована на рис. 6, с помощью инструментальной методики ДОЭ, программного пакета NKL Channel 5, где показан относительный уровень внутренних напряжений до и после деформации. До деформации уровень внутренней энергии рекристаллизованных зерен (светло-серый цвет) меньше внутренней энергии полосы (серый цвет), рис. 6, а. Случай области II показан на рис. 6, б, когда после деформации уровень внутренней энергии исходно рекристаллизованных зерен (темно-серый цвет) оказывается выше, чем в полосе (серый цвет).

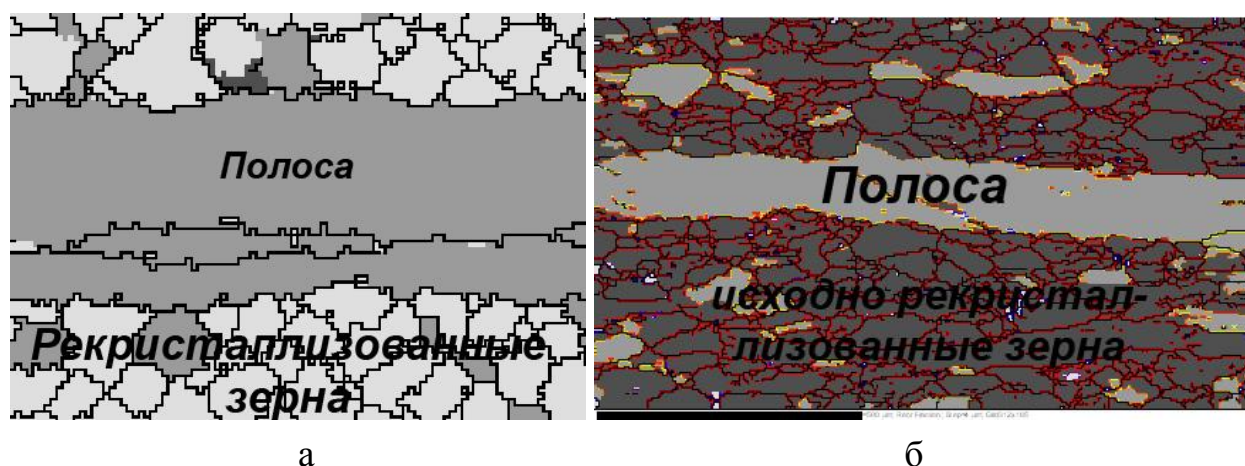


Рис. 6 ДОЭ карты, показывающие деформированные, полигонизованные и рекристаллизованные области: а – до деформации; б – после деформации

Очевидно, что применяемый режим горячей прокатки, только усугубляет неоднородность структуры. Чтобы этого избежать, прежде всего, необходимо снизить степень деформации за один проход, тем самым увеличить дробность прокатки, что понизит локальную неравномерность распределения деформации по сечению листа, и уменьшит вероятность локализации деформации, прежде всего внутри *полос*. Это было реализовано горячей прокаткой толщины до 8 мм при температуре 800°C (разовые степени деформации от 3 % до 5 %, суммарная степень деформации 20 %), которая выполняла роль подготовительной обработки. Затем была проведена горячая прокатка до толщины 2,6 мм при температуре 900°C. Схема получения листа толщиной 2,3 мм приведена на рис. 7.

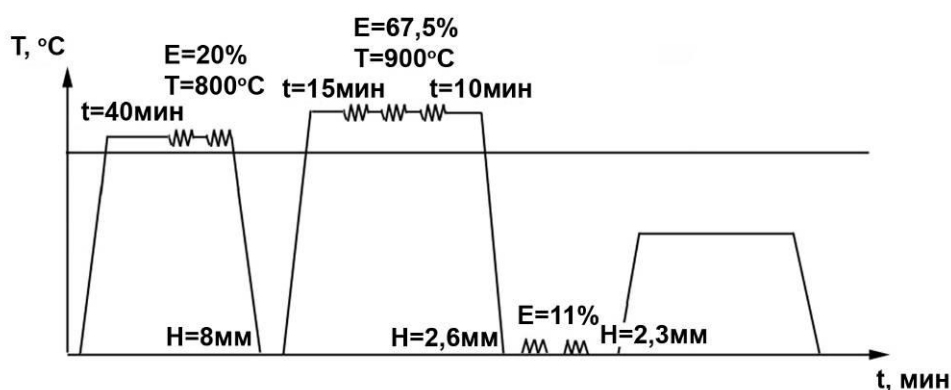


Рис. 7 Схема получения тонкого листа толщиной 2,3 мм

В микроструктуре полученного листа толщиной $H = 2,6 \text{ мм}$, наблюдаются только равноосные полиэдрические зерна с ровными прямыми границами, $D_{\text{ср}} = 77 \text{ мкм}$. *Полосы*, присутствующие в предыдущих подкатах, не зафиксированы.

Дальнейшая НТМО, включающая холодную прокатку и старение по режиму 500°C , 24 ч, привела к получению механических свойств, значительно превышающих требуемые: вдоль НП - $\sigma_{0,2} = 1350 \text{ МПа}$, $\sigma_B = 1470 \text{ МПа}$, $\delta = 9 \%$; поперек НП - $\sigma_{0,2} = 1340 \text{ МПа}$, $\sigma_B = 1460 \text{ МПа}$, $\delta = 7 \%$.

Выявленные в главе 3 факторы ТТР позволяют определить причины стабилизации полосчатой структуры. Основные тормозящие факторы перечислены в таблице 1. На основании этого было выработано несколько основных подходов к устранению *полосчатости*:

1. установлена необходимость увеличения толщины горячекатаного подката до предельно возможной в промышленных условиях – 30 мм;

2. прокатка горячекатаного подката проводится с прерываниями в сочетании с подготовительной низкотемпературной при установочной температуре нагрева 800 °С и последующей рекристаллизационной обработкой (900 °С), совмещенной с прокаткой;
3. при этом установлена необходимость увеличения дробности горячей прокатки на подготовительной стадии (800 °С) с разовыми степенями деформации от 3 % до 5 % за проход, с ограничением суммарной степени деформации до 20 %.

Четвертая глава посвящена разработке новой технологии получения тонколистовых полуфабрикатов сплава ТС6 на основании подходов, установленных в главе 3, и ее адаптации к промышленным условиям.

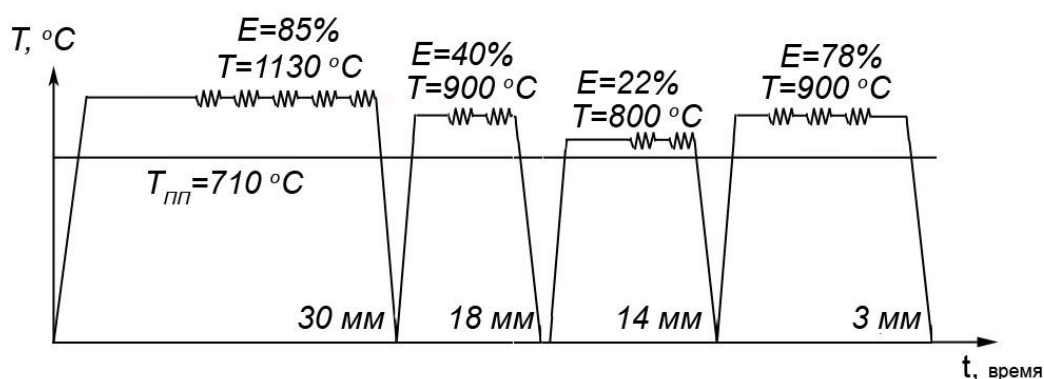
Ограничение суммарной деформации на начальных этапах получения листа было реализовано за счет прокатки сляба толщиной 250 мм до толщины 30 мм вместо прокатки до толщины 20 мм.

При комплексном анализе микроструктур и текстур толстых листов толщиной 20 и 30 мм был выявлен ряд различий. Толщина полос в подкате 30 мм от 1,5 до 2 раза выше. Общая доля полос в сечении полуфабриката также в полтора раза выше. Что, безусловно, является негативным показателем для разрабатываемой технологии. Однако при этом существуют и позитивные факторы, к которым следует отнести существенно меньшую долю зерен, образованных рекристаллизацией *in situ*, наличие практически на всех границах зародышей рекристаллизации, уменьшение доли пассивных границ в несколько раз. Т.е. процесс зародышеобразования в подкате 30 мм не является лимитирующим фактором прохождения рекристаллизации. В данном случае наиболее существенный лимитирующий фактор – образование плоского фронта роста рекристаллизованных зерен. В результате, структурные состояния подкатов 20 и 30 мм представляют собой два различных случая с точки зрения развития процессов рекристаллизации, поскольку имеют разные лимитирующие факторы.

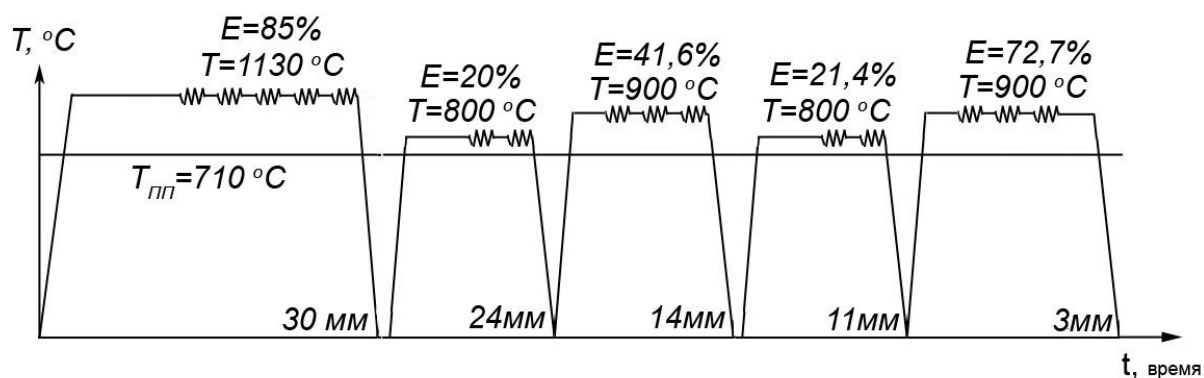
В терминах, представленных в таблице 1, суммирующей факторы текстурного торможения, можно сказать, что в подкате 20 мм наиболее ярко проявляются факторы I, II, III, IV и отчасти VI, т.е. практически все. В то время как в подкате 30 мм существенным является фактор VI (VIa), роль других факторов II, III и IV значительно снижена, а фактор I отсутствует. Поэтому потенциальные возможности развития рекристаллизации в подкате

20 мм значительно выше, по сравнению с подкатом 30 мм. Также следует учитывать, что дальнейшая деформация усугубляет действие факторов I...IV и положительно влияет на фактор VI, поскольку при деформации происходит разрушение полигональной структуры. При этом должно облегчаться зародышеобразование на плоской границе роста рекристаллизованных зерен и/или их дальнейший рост в тело *полосы*. Безусловно, положительное влияние деформации будет усиливаться с повышением ее дробности.

Подкат толщиной 30 мм прокатывался в листы толщиной 3 мм по схемам I и II, представленным на рис. 8. На микрофотографиях полученных листов, изготовленных по этим схемам, наблюдаются равноосные полиэдрические зерна с ровными прямыми границами. *Полосы*, присутствующие в предыдущих подкатах, не зафиксированы. Средний размер зерна D_{cp} составил: для листа, изготовленного по схеме I – 95 мкм; по схеме II – 65 мкм.



а



б

Рис. 8 Варианты технологии получения тонкого листа из сплава ТС6:
а) схема I; б) схема II

В дальнейшем листы толщиной 3 мм подвергались дополнительной обработке. Лист, изготовленный по схеме I, прокатывался при комнатной температуре до толщины 1,5 мм. Затем следовала закалка на воздухе от $T = 800^{\circ}\text{C}$, нагрев в течение 10 мин, с последующей холодной прокаткой до толщины 1,2 мм и старение по режиму: $T = 520^{\circ}\text{C}$, время 24 ч. Лист, изготовленный по схеме II, прокатывался до толщины 1,66 мм. Затем следовала закалка на воздухе от $T = 800^{\circ}\text{C}$, нагрев в течение 10 мин, с последующей холодной прокаткой до толщины 1,33 мм и старением по режиму: $T = 460^{\circ}\text{C}$, 8 ч + $T = 520^{\circ}\text{C}$, 24 ч. Уровень механических свойств состаренных листов составил: по схеме I вдоль НП - $\sigma_{\text{в}} = 1400 \text{ МПа}$, $\delta = 10 \%$; поперек НП - $\sigma_{\text{в}} = 1480 \text{ МПа}$, $\delta = 7 \%$; по схеме II вдоль НП - $\sigma_{\text{в}} = 1520 \text{ МПа}$, $\delta = 8 \%$; поперек НП - $\sigma_{\text{в}} = 1640 \text{ МПа}$, $\delta = 6 \%$.

Пятая глава посвящена разработке технологии получения фольги из интерметаллидного сплава ВТИ-4 (Ti-22Al-26Nb).

Исходным материалом служил лист, полученный горячей прокаткой в пакете при температуре 950°C . В структуре листа наблюдалось поле дисперсных выделений О-фазы, которые образовались во время охлаждения после горячей деформации.

При последующей холодной прокатке, по достижении суммарной деформации 11 %, по кромке полосы стали наблюдаться разрывы, из-за этого холодную прокатку пришлось остановить. Этот опыт подтвердил предположение, что исходная структура с дисперсным распадом не обеспечивает необходимый уровень пластичности для холодного деформирования. Показатели микротвердости листа после холодной

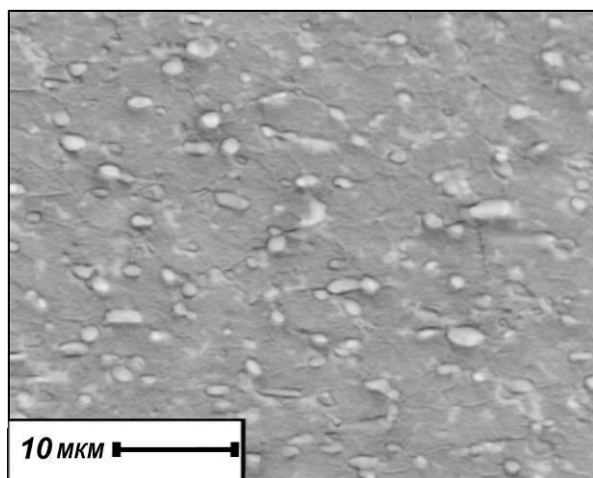


Рис. 9 Микроструктура листа после пакетной прокатки (РЭМ)

прокатки возросли с 3400 до 3800 МПа, то есть на 400 МПа за счет наклепа.

Для исправления структуры была проведена серия вакуумных отжигов (смягчающая обработка, СО) при температурах 850°C , 900°C , 950°C с ускоренным охлаждением в потоке гелия. При исследовании структуры образцов после СО1 обнаружилось, что после СО1 при 950°C

высокотемпературная β -фаза недостаточно стабильна, и при реализованной скорости охлаждения протекает ее распад с образованием дисперсных выделений О-фазы, видимых только при использовании ПЭМ. Выделения когерентны с β -матрицей, окружены полями напряжений. Все это привело к растрескиванию полуфабриката при последующей холодной прокатке уже при степенях деформации около 30 %.

Листы, подвергнутые СО1 при температурах 850 °С и 900 °С, удалось успешно прокатать со степенью деформации 60 %, что, в сочетании с промежуточной СО2 при тех же температурах, позволило получить фольгу толщиной 80 мкм по схемам, представленным на рис. 10.

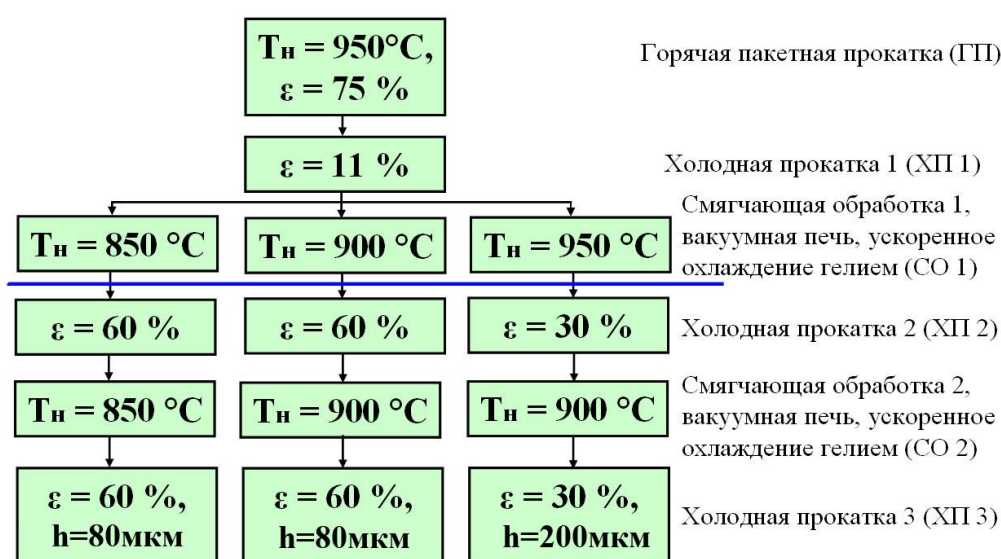


Рис. 10 Схемы получения фольги из сплава ВТИ-4

На протяжении всех технологических операций отслеживалось изменение полюсной плотности линий β -фазы. Установлены качественные отличия формирования текстуры сплава ВТИ-4 в процессе холодной прокатки и горячей пакетной прокатки. В процессе холодной прокатки полюсная плотность плоскостей {100} ослабляется в отличие от горячей пакетной прокатки, рис. 11.

Изменение фазового состава в процессе получения фольг представлено в таблице 2.

Совершенно очевидно, что предложенная и реализованная технология, несмотря на положительный результат, обладает рядом недостатков.

Таблица 2

Фазовый состав сплава ВТИ-4 в зависимости от различных обработок

Горячая прокатка, ГП	$\beta + O_H^* + (\alpha_2)$		
Холодная прокатка, ХП1	$\beta + O_H + (\alpha_2)$		
Смягчающая обработка, СО1	850°C	900°C	950°C
	$\beta + O_B^*$	$\beta + \alpha_2 + O_B$	$\beta + \alpha_2 + O_H$
Холодная деформация, ХП2	$\beta + O_B$	$\beta + \alpha_2 + O_B$	$(\beta + \alpha'') + \alpha_2 + O_H$
Смягчающая обработка, СО2	$\beta + O_B$	$\beta + \alpha_2 + O_B$	900°C
			$\beta + \alpha_2 + O_B$
Холодная деформация, ХП3	$\beta + O_B$	$\beta + \alpha_2 + O_B$	$\beta + \alpha_2 + O_B$

* индексы «н» и «в» указывают на области выделения О-фазы; O_B образовалась непосредственно при температуре отжига; O_H в процессе охлаждения в более низком температурном интервале, чем температура отжига.

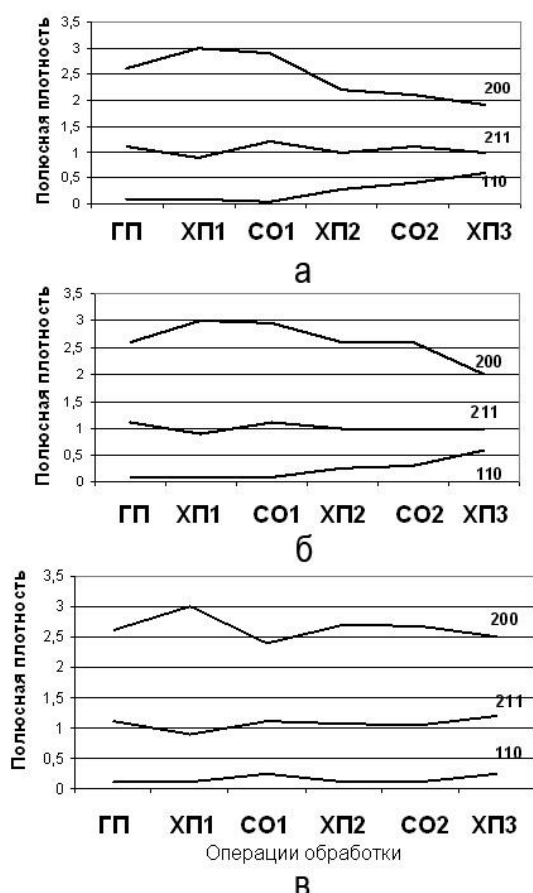


Рис 11 Изменений полюсной плотности линий β -фазы, НН:

- а) при температуре СО 850°C;
- б) при температуре СО 900°C;
- в) при температуре СО 950°C

Поэтому в технологию был внесен ряд изменений. Было решено осуществлять СО при промежуточной температуре между опробованными при СО2, а именно при 870 °С. Было сокращено количество операций, первая холодная прокатка и вакуумный отжиг были заменены на совмещенный отжиг, проводимый непосредственно в пакете после горячей прокатки без охлаждения до комнатных температур. Как было показано ранее оптимальной температурой совмещенного отжига после пакетной прокатки является температура 870 °С. Однако проведение такого отжига требует наличия рядом с прокатным станом дополнительной печи, нагретой до температуры 870°C. Поэтому, для адаптации к промышленным

условиям, пришлось использовать температуру, равную температуре нагрева под деформацию – 950 °С, но в отличие от СО1 – 950 °С (по первой технологии) применялась более медленная скорость охлаждения. В результате, в структуре также наблюдался распад, но выделения О-фазы были менее дисперсными. Сравнительный анализ с помощью РСФА показал, что объемная доля выделений О-фазы возросла, и ее выделение происходило в более верхнем температурном диапазоне, о чем также свидетельствует изменение периодов ее решетки. Междублетное расстояние линий (260) и (400) увеличилось, рис. 12.

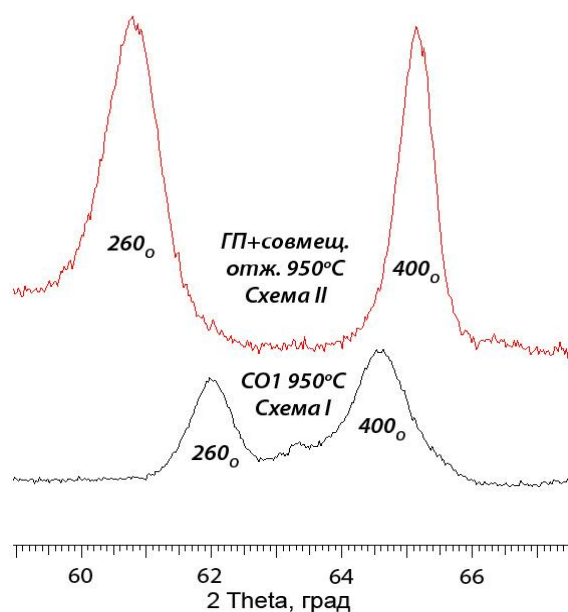


Рис. 12 Участки дифрактограмм сплава ВТИ-4 после СО1 950°С по первой технологии, горячей прокатки и совмещенного отжига при 950°С по второй технологии

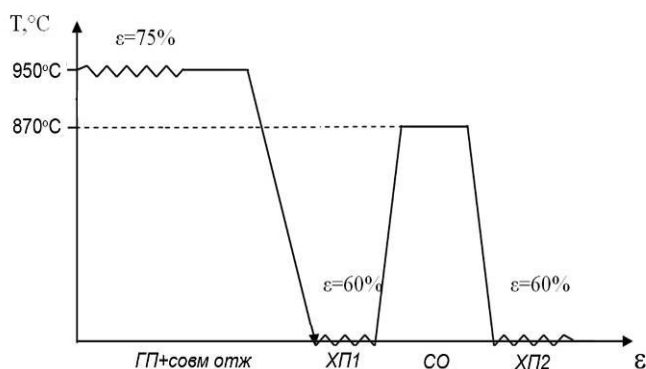


Рис. 13 Схема усовершенствованной технологии получения фольги из сплава ВТИ-4



Рис. 14 Полученная фольга толщиной 80 мкм сплава ВТИ-4

Лист был успешно прокатан в фольгу толщиной 80 мкм по схеме, представленной на рис. 13. Была получена опытная партия фольг размерами 120x600x0,08 мм, рис. 14.

По результатам проведенных исследований была предложена технология получения фольги толщиной до 80 мкм из горячекатаного подката интерметаллидного сплава ВТИ-4 толщиной 3 мм:

1. Горячая прокатка (ГП) заготовки сплава ВТИ-4 в пакете с суммарной степенью деформации 75 % до толщины от 0,6 до 0,7 мм при температуре 950°C и совмещенный отжиг при температуре 950 °C, охлаждение на воздухе, с последующей разборкой пакета и механической обработкой поверхности листов для удаления газонасыщенного слоя;

2. Первая холодная прокатка на шестивалковом стане с суммарной степенью деформации 60 %;

3. Смягчающая термическая обработка при температуре 870 °C в вакуумной печи, охлаждение в потоке инертного газа;

4. Вторая холодная прокатка на шестивалковом стане на конечную толщину 80 мкм.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

1. На примере сплава ТС6 определены и систематизированы факторы, ответственные за возникновение эффекта текстурного торможения рекристаллизации при горячей прокатке псевдо титановых β -сплавов.

2. Экспериментально подтвержден факт возникновения в структуре горячекатаных полуфабрикатов псевдо титанового β -сплава ТС6 полуспециальных границ и показана их взаимосвязь с эффектом текстурного торможения рекристаллизации.

3. Установлено, что отжиги в температурном диапазоне от 800 °C до 900 °C и прокатка с деформацией более 5 % за проход на предварительной низкотемпературной стадии горячей прокатки способствует стабилизации вытянутых нерекристаллизованных зерен (*полос*), т.к. накопленная внутренняя энергия в исходно рекристаллизованных зернах становится выше, чем в *полосах*. Отжиг при этих температурах способствует развитию рекристаллизации *in situ* и стабилизации полигональной структуры.

4. Выработаны основные технологические подходы к устранению *полос* в листовых полуфабрикатах в сплаве ТС6:

- установлена необходимость увеличения толщины горячекатаного подката до предельно возможной в промышленных условиях – 30 мм;

- прокатка горячекатаного подката проводится с прерываниями в сочетании с подготовительной низкотемпературной при установочной температуре нагрева 800 °С и последующей рекристаллизационной обработкой (900 °С), совмещенной с прокаткой.
- при этом установлена необходимость увеличения дробности горячей прокатки на подготовительной стадии (800 °С) с разовыми степенями деформации от 3 % до 5 % за проход, с ограничением суммарной степени деформации до 20 %.

Реализация разработанных подходов позволила получить листовые полуфабрикаты с однородной мелкозернистой структурой (D менее 100 мкм), высоким уровнем механических свойств в термоупрочненном состоянии: в листе толщиной 2,3 мм вдоль прокатки - $\sigma_{0,2} = 1350$ МПа, $\sigma_B = 1470$ МПа, $\delta = 9$ %; поперек прокатки - $\sigma_{0,2} = 1340$ МПа, $\sigma_B = 1460$ МПа, $\delta = 7$ %; в листе толщиной 1,2 мм вдоль прокатки - $\sigma_B = 1520$ МПа, $\delta = 8$ %; поперек прокатки - $\sigma_B = 1640$ МПа, $\delta = 6$ %.

5. Рассмотрены закономерности изменения фазового состава и структурного состояния в процессе термической обработки деформируемых полуфабрикатов интерметаллидного сплава ВТИ-4. Показано, что при фиксации в структуре горячекатаного подката не менее 50 % высокотемпературного β -твердого раствора возможна холодная прокатка с высокими степенями деформации.

6. Установлено, что при вакуумном отжиге горячекатаного подката сплава ВТИ-4 в температурном интервале от 850 °С до 900 °С с охлаждением в потоке инертного газа фиксируется высокотемпературная β -фаза, что позволяет проводить холодную деформацию с суммарной степенью деформации до 60 %. Показано, что повышение температуры отжига подката до 950 °С уменьшает устойчивость β -фазы, поэтому скорость охлаждения в потоке инертного газа становится недостаточной для полной фиксации высокотемпературной β -фазы. Появление продуктов низкотемпературного распада в структуре полуфабриката снижает деформируемость в холодном состоянии.

7. Разработана и реализована в промышленных условиях оригинальная технология получения фольги толщиной 80 мкм из интерметаллидного сплава ВТИ-4.

Основное содержание работы изложено в следующих публикациях:

1. Патент №2318914 РФ С1 «Способ изготовления листов из β -титановых сплавов»/В.Ф. Водолазский, И.И. Модер, А.Ю. Степанова., Ф.В. Водолазский. Опубликовано: 10.03.2008, Бюл. № 7.
2. С. Л. Демаков, Ф.В. Водолазский, В.Ф. Водолазский, А.А. Попов /Текстурное торможение рекристаллизации в титановом сплаве ТС6 // МИТОМ, №10(664), 2010. С. 32-38
3. A diagram of isothermal decomposition of the β -phase in Ti-22Al-26Nb-0.5Zr-0.4Mo alloy/ S. L. Demakov, A. A. Popov, E. M. Komolikova, F. V. Vodolazskiy// Materials Science, Volume 44, Number 3, 2008. Pp. 374-379.
4. Водолазский В.Ф., Савватеева Г.В., Водолазский Ф.В., Степанова А.Ю., Лебедева Э.Л./ Влияние режима термомеханической обработки на структуру и механические свойства листов из сплава ТС6// Научно-технический журнал “Титан” №1 (22), 2008. С. 49...55.
5. Демаков С.Л., Ёлкина О.А., Водолазский Ф.В., Попов А.А. / Эволюция структуры сплава Ti-26Nb-22Al в процессе получения фольги (статья)// Международная конференция “Ti-2006 в СНГ”, сборник статей, Суздаль: НПП «Издательство «Наукова думка» НАН Украины», 2006. С. 241...248.
6. ДОЭ-исследование листовых полуфабрикатов титанового сплава/ Водолазский Ф.В., Демаков С.Л., Карабаналов М.С.// IX-ая международная научно-техническая Уральская школа семинар металлосведов молодых ученых: Сборник трудов, Екатеринбург: ГОУ ВПО УГТУ-УПИ, 2008 г. С. 121...123.
7. Демаков С.Л., Водолазский Ф.В., Сытьков М.А. / Изменение зеренной структуры в процессе горячей деформации β -титанового сплава // Сборник тезисов докладов V-ой Российской научно-практической конференции «Физические свойства металлов и сплавов», Екатеринбург, 2009. С. 146.
8. Демаков С.Л., Водолазский Ф.В., Сытьков М.А. / Особенности рекристаллизации титанового сплава// Сборник X-ой Международной научно-технической Уральской школы-семинара металлосведов – молодых ученых, Екатеринбург, 7-11 декабря 2009. С. 214-216.
9. Водолазский Ф.В., Савватеева Г.В., Степанова А.Ю., Лебедева Э.Л., Водолазский В.Ф. / Исследование влияния степени холодной деформации на структуру и механические свойства листов из сплава ТС6 // В сборнике X-ой Международной научно-технической Уральской школы-семинара

- металловедов – молодых ученых, г. Екатеринбург, 7-11 декабря 2009. С. 271.
10. Водолазский Ф.В., Демаков С.Л., Сытьков М.А. / Рекристаллизация горячедеформированного листа из сплава ТС6 // XX-ая Уральская школа металлостроителей-термистов «Актуальные проблемы физического металловедения сталей и сплавов» // Сборник материалов. Екатеринбург: изд-во УГТУ-УПИ, 2010. С. 147.
11. Демаков С.Л., Водолазский Ф.В., Голубев В.И., Нарыгина И.В. / Рекристаллизация горячедеформированного листа из сплава ТС6 (тезис) // XX-ая Уральская школа металлостроителей-термистов «Актуальные проблемы физического металловедения сталей и сплавов». Сборник материалов. Екатеринбург: изд-во УГТУ-УПИ, 2010. С. 148.

Список цитируемой литературы:

1. Гордиенко А.И., Шипко А.А. Структурные и фазовые превращения в титановых сплавах при быстром нагреве. / Минск.: Наука и техника, 1983. С. 336.
2. Александров В.К., Аношкин Н.Ф., Белозеров А.П. и др. Полуфабрикаты титановых сплавов. М.: ВИЛС, 1996. С. 581.
3. Русаков Г.М., Лобанов М.Л., Сон Л.Д. и др. Структура границ зерен и особенности их взаимодействия с дислокациями // Региональный конкурс РФФИ «Урал», Свердловская область. Екатеринбург, 2005. С. 523.

Подписано в печать 09.11.2010 г. Объем – 1 п.л. Тираж – 100 экз. Заказ №

Ризография НИЧ УрФУ
620002, Екатеринбург, ул. Мира, 19